



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196578

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 08 12 75

(21) (PV 8289-75)

(51) Int. Cl.³

B 01 J 8/00

(40) Zveřejněno 31 07 79

(45) Vydáno 30 06 82

(75)

Autor vynálezu NIKL STANISLAV ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob přípravy sypkých pevných produktů ve směsi s inertním pevným materiálem

1

Vynález se týká způsobu přípravy sypkých pevných produktů ve směsi s inertním pevným materiálem exotermními reakcemi v heterogenní soustavě tekutina – pevná látka, které se běžně vyskytují jak v chemické technologii a hutním průmyslu, tak při výrobě stavebních hmot atd.

Nejběžnějším případem je spalování tuhých paliv; uvedené soustavy se pak dále využívá při výrobě cementu, rozpouštění tuhých látek, redukci kyslíčků kovů, pokovování atd. V chemické technologii se tato soustava vyskytuje například při výrobě kyanamidu z karbidu, při výrobě kyanidů, thiosíranu, sirouhlíku, při použití iontoměničů, pražení siřníků, rozpouštění a podobně. Uvedené reakce probíhají většinou při vysoké teplotě a pokud se v reakčním systému vyskytuje neaktivní materiál, který se reakce nezúčastní, je jeho obsah na závadu, jako například obsah popelovin při spalování tuhých paliv, nečistoty v karbidu nebo síře.

Má-li být připravena sloučenina exotermní reakcí, jejíž průběh je ve směsi čistých látek příliš bouřlivý, nebo vedle průběhu požadované reakce se významnou měrou uplatňují i vedlejší nebo následné reakce ovlivněné tepelným průběhem nebo výsledný produkt je náchylný k rozkladu, který u některých sloučenin může vést až k explozi, jsou takové reakce prováděny, popřípadě takové sloučeniny připravovány v roztoku nereagujícího rozpouštědla. Jestliže je pak výsledný produkt požadován v pevné formě, je nutné jej z roztoku separovat, ať již filtrací nerozpustných látek, anebo odpařením rozpouštědla, popřípadě spolu s krystalizací požadované sloučeniny. Operace nutné pro separaci látky v pevné formě bývají náročné jak na spotřebu energie, tak i z hlediska spotřeby času. Vzhledem k práci s korozivními látkami za vyšších teplot jsou kladeny velké požadavky i na aparáty a jejich materiál.

Nyní bylo zjištěno, že přípravu sypkých pevných produktů ve směsi s inertním pevným materiálem exotermními reakcemi s reakčním teplem v rozmezí 20 až 150 kJ/mol v heterogenní soustavě tekutina-pevná látka, lze provádět tak, že alespoň jedna reakční složka se před přidáním látky nebo látek zahajujících reakci, nejpozději v době narůstání reakční rychlosti, s výhodou před přidáním této látky nebo těchto látek, ředí v závislosti na požadované reakční rychlosti reakce, přidavkem sypkého, neaktivního ani neaktivizujícího materiálu s charakteristickým rozměrem 0,1 μm až 10 mm.

Reakční rychlost je dále možné ovlivňovat zejména teplotou, přičemž horní mez pracovní teploty je omezena bodem rozkladu produktu anebo reakčních složek, případně průběhem nežádoucích následných

nebo vedlejších reakcí a spodní mez teploty se řídí požadovanou rychlostí přidávání složek, případně jejich bodem tání. Při dostatečně jemném zrnění je zředění reakční směsi sytkým, nereagujícím materiálem adekvátní zředění nereagujícím rozpouštědlem.

Způsoby přípravy sytkých pevných produktů ve směsi s inertním pevným produktem exothermními reakcemi v heterogenní soustavě tekutina – pevná látka podle tohoto vynálezu nejsou ovšem omezeny jen na reakce mezi dvěma složkami, ale lze je aplikovat i na vícetložkové pochody. Uvedené způsoby jsou zvláště výhodné pro takové reakce, které probíhají snadno, popřípadě po smíchání čistých komponent, až nežádoucí rychlostí. V některých případech může být příprava na sytkém nosiči výhodnější nežli v roztoku i tehdy, pokud je potom nutné vyrobenou sloučeninu z nosiče separovat. Je to v případech, kdy některá reakční komponenta reaguje s rozpouštědly anebo jestliže vlastní reakce může vést k explozi a v rozpouštědle nelze pracovat. Pro postup podle vynálezu je charakteristické, že produkty reakce mohou být pevné, resp. mohou tvořit s nosičem pevnou sytkou směs.

Podle klasifikace reakcí je postup podle vynálezu zvláště vhodný pro adici typu



lze jej však aplikovat i pro substituce typu:



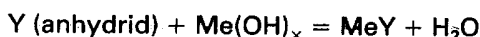
nebo



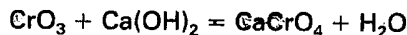
V některých případech lze realizovat i substituční reakce, při kterých vzniká jeden kapalný produkt, který lze pohltit v nosiči. To platí zejména o přípravě sloučenin solí s poměrně vysokou molekulovou hmotou oproti vznikající vodě. Jemně umleté nosiče, jako křemenná moučka, infusoriová hlinka, mohou značnou část vody nasáknout při zachování sytké formy materiálu. S ohledem na aplikační vlastnosti lze někdy nosič přímo smíchat s dehydratačním činidlem, například s kysličníkem fosforečným, který může vznikající vodu vázat.

Předmětná reakční soustava tekutina – pevná látka může vzniknout přímo v reakčním systému, který je představován reakční soustavou a inertním nosičem, smíšením dvou nebo více reakčních komponent s nízkým bodem tání. Jestliže popřípadě v postupu podle příkladu 1 smísíme pevný p-toluensulfochlorid s močovinou a pískem a zahříváme, dojde kolem 60 °C, což je teplota odpovídající bodu tání p-toluensulfochloridu, k průběhu exothermní reakce.

K jinému případu vzniku předmětné reakční soustavy tekutina – pevná látka přímo v reakčním systému dojde při reakci anhydridu kyseliny, například kysličníku sírového, chromového, fosforečného a jiných, s hydroxidem za současného uvolnění vody podle reakčního schématu:



například



Uvolnění vody se projeví zvlhnutím systému. Tento typ reakcí však probíhá za extrémně vysokých teplot, při kterých dochází k uvolnění vody.

Při výrobě látek náchylných k rychlému rozkladu je velkou výhodou, že koncentrace na nosiči stoupá od nulové hodnoty až k požadované relativně bezpečné koncentraci. Při klasickém způsobu, kdy je nejprve vyrobena čistá látka, která je flexibilizována přidavkem neaktivního nosiče, je největší riziko právě při manipulaci s koncentrovanou látkou, což při objeveném způsobu výroby odpadá.

Způsobem podle vynálezu lze připravovat širokou paletu látek, danou aplikacemi práškových produktů nebo směsí, ať již se aplikují přímo ve vyrobené formě, anebo slouží za suroviny dalších technologií jako polotovary. Vyrobené látky mají použití při výrobě povahově aktivních látek, umělých barviv, hnojiv, tmelů, léčiv, výbušnin atd. Provedení přímé syntézy v sytké hmotě snižuje náklady na energii, výrobní zařízení, zkracuje výrobní časy, omezuje riziko výrobního procesu i znečištění odpadních vod.

Příklad 1 Výroba amidosulfonové kyseliny

V laboratorní třecí misce bylo smícháno 10 hmotnostních dílů rozdrobené močoviny se 40 hmotnostními díly křemenného písku s charakteristickou velikostí zrna 0,5 až 3 mm a ke vzniklé směsi bylo postupně přidáváno za neustálého míchání 30 hmotnostních dílů 40 % olea. Prášková směs byla přehřátá na 70 °C a příkap olea se řídil požadavkem nepřesáhnout teplotu 85 °C. Při teplotě cca 80 °C unikl ze směsi kyslíčnick uhlíčitý. Po ochlazení byla získána prášková směs s obsahem 40 % amidosulfonové kyseliny.

Příklad 2 Příprava toluensulfochloridu močoviny

V kuželovém mísiči vybaveném šnekovým míchadlem bylo smícháno 15 hmotnostních dílů močoviny a 13 hmotnostních dílů grafitu s charakteristickou velikostí zrna 20 µm. Ke vzniklé směsi bylo přidáno 65 hmotnostních dílů toluensulfochloridu, zahřátého na 60 °C. V mísiči se přidáváním toluensulfochloridu udržovala teplota 95 °C. Po přidání veškerého toluensulfochloridu se směs v mísiči ochladila. Směs byla za normální teploty sypká a obsahovala cca 75 % toluensulfochloridu močoviny.

Příklad 3 Příprava xylensulfochloridu močoviny

V mísiči, který byl popsán v příkladu 2, bylo smícháno 15 hmotnostních dílů močoviny a 13 hmotnostních dílů živcového úletu s charakteristickou průměrnou velikostí zrna 0,06 mm. Ke vzniklé směsi bylo přidáno 75 hmotnostních dílů xylensulfochloridu, přehřátého na 60 °C. V mísiči se udržovala teplota 90 °C. Po ochlazení vznikla sypká směs s obsahem 80 % xylensulfochloridu močoviny.

Příklad 4 Příprava síranu draselného

Ke 20 hmotnostním dílům hydrofosforečnanu draselného s charakteristickou velikostí zrna 10 až 600 µm bylo na třecí misce přidáno 19 hmotnostních dílů chloridu draselného a k rozetřené směsi byla postupně přidávána 96 % kyselina sírová za neustálého míchání. Rychlost přidávání kyseliny byla volena tak, aby směs byla neustále sypká a teplota nepřestoupila 100 °C. Výsledný práškový produkt obsahoval 50 % síranu draselného.

Příklad 5 Příprava ethylbenzensulfonanu močoviny

Do nerezového granulačního žlabu, který byl vybaven lopatkovým šnekovým podavačem, bylo naváženo 60 hmotnostních dílů křemenné moučky s charakteristickým rozměrem zrna 6 až 600 µm, ke které bylo přidáno 15 hmotnostních dílů močoviny. Směs se vyhřála na 50 °C a při této teplotě bylo přidáno 40 hmotnostních dílů ethylbenzensulfonové kyseliny, přehřáté na teplotu 60 °C. Teplota ve žlabu se udržovala na 80 °C. Po ochlazení byla směs práškovitá a obsahovala 55 % ethylbenzensulfonanu močoviny.

Příklad 6 Příprava kumensulfonanu močoviny

Do mísičního zařízení popsaného v příkladu 5 bylo naváženo 50 hmotnostních dílů křemenné moučky s charakteristickou velikostí zrna v rozmezí 6 až 600 µm, ke které bylo přidáno 15 hmotnostních dílů močoviny. Směs byla vyhřátá na 50 °C a při této teplotě bylo přidáno 47 hmotnostních dílů kumensulfonové kyseliny, přehřáté na teplotu 60 °C. Externím chlazením se teplota během přidávání udržovala na hodnotě 80 °C. Směs byla pastovitá a po přidání veškeré kyseliny a ochlazení se vlivem míchání a drcení, způsobenými míchadlem, rozpadla na prášek.

Příklad 7 Příprava adiční sloučeniny močoviny a kyseliny chlorsulfonové

v uzavřeném válcovém mísiči s horizontálně umístěným mísičním prostorem, kterým procházejí 4 míchací radlice, bylo smícháno 25 hmotnostních dílů síranu sodného s charakteristickým rozměrem zrna 0,01 až 0,2 mm se čtyřmi hmotnostními díly rozemleté močoviny. Ke směsi bylo přidáváno ekvivalentní

molární množství kyseliny chlorsulfonové, takovou rychlostí, aby teplota v mísiči nepřestoupila 60 °C. Po nadávkování veškeré kyseliny a ochlazení se směs rozpadla na sypkou vlhkou směs. Byly připraveny směsi s obsahem účinné látky, adiční sloučeniny močoviny a chlorsulfonové kyseliny, do 40 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy sypkých pevných produktů ve směsi s inertním pevným materiálem exotermními reakcemi s reakčním teplem v rozmezí 20 až 150 kJ/mol v heterogenní soustavě tekutina – pevná látka, vyznačený tím, že alespoň jedna složka se před přidáním látky nebo látek zahajujících reakci, nejpozději v době narůstání reakční rychlosti, s výhodou před přidáním této látky nebo těchto látek, ředí v závislosti na požadované reakční rychlosti reakce přidavkem sypkého, neaktivního ani neaktivizujícího materiálu s charakteristickým rozměrem 0,1 μm až 10 mm.